

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-179214

(43)Date of publication of application : 03.07.2001

(51)Int.Cl.

B09B 3/00  
C22B 3/04  
C22B 3/44  
C22B 7/02  
C22B 26/00

(21)Application number : 11-373275

(71)Applicant : TAIHEIYO CEMENT CORP

(22)Date of filing : 28.12.1999

(72)Inventor : NOZAKI KENJI

ISOMURA HIROTAKA

PUUPAKKI MERANI

MIURA KEIICHI

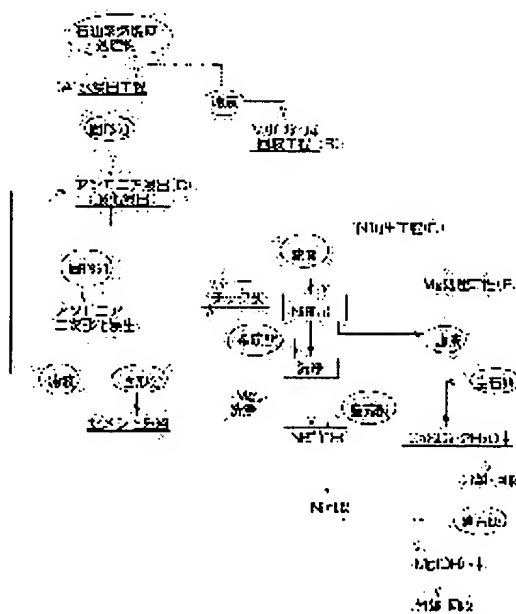
## (54) METHOD FOR TREATING PETROLEUM COMBUSTION ASH

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a treatment method by which it is possible to economically separate and recover gypsum and magnesium in a process to treat petroleum combustion ash.

**SOLUTION:** This treatment method for petroleum combustion ash comprises treating the magnesium dissolved in an ammonia leaching filtrate of the petroleum combustion ash or its treated material.

Gypsum is precipitated into the ammonia leaching filtrate with alkalinity of less than pH 12 obtained by adding a calcium compound. Then the pH value of this solution is adjusted to 12 or more and magnesium hydroxide is precipitated to separate the magnesium.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

23.01.2004

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than  
the examiner's decision of rejection or  
application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3780356

[Date of registration] 17.03.2006

[Number of appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2001-179214  
(P2001-179214A)

(43) 公開日 平成13年7月3日(2001.7.3)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テ-リ-ト*(参考)
B 0 9 B 3/00		C 2 2 B 7/02	B 4 D 0 0 4
	Z A B	26/00	4 K 0 0 1
C 2 2 B 3/04		B 0 9 B 3/00	3 0 4 G
3/44			Z A B
7/02		C 2 2 B 3/00	A
審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 6 頁) 最終頁に続く			

(21) 出願番号 特願平11-373275

(22) 出願日 平成11年12月28日(1999.12.28)

(71) 出願人 000000240

太平洋セメント株式会社

東京都千代田区西神田三丁目8番1号

(72) 発明者 野崎 賢二

千葉県佐倉市大作二丁目4番2号 太平洋  
セメント株式会社佐倉研究所内

(72) 発明者 磯村 弘隆

千葉県佐倉市大作二丁目4番2号 太平洋  
セメント株式会社佐倉研究所内

(74) 代理人 100081086

弁理士 大家 邦久 (外1名)

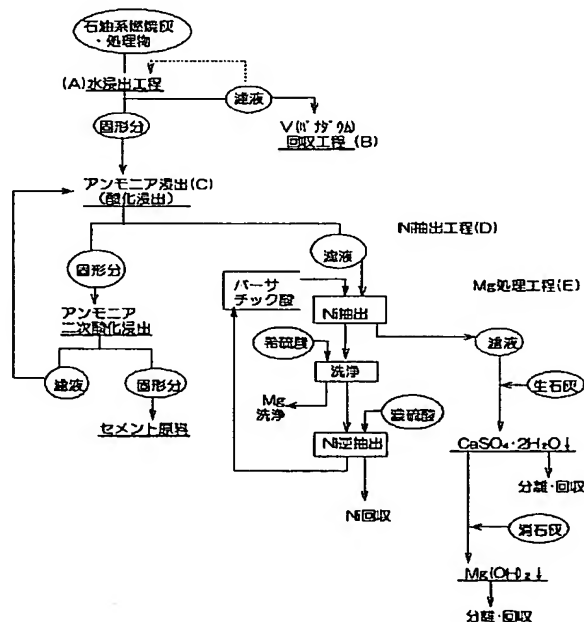
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 石油系燃焼灰の処理方法

(57) 【要約】

【課題】 石油系燃焼灰の処理方法において、石膏とマグネシウムを経済的に分離回収できる処理方法を提供する。

【解決手段】 石油系燃焼灰またはその処理物のアンモニア浸出濾液に溶存するマグネシウムを処理する方法であって、上記アンモニア浸出濾液にカルシウム化合物を加えてpH12未満のアルカリ性下で石膏を沈殿させ、次いでこの溶液のpHを12以上に調整して水酸化マグネシウムを沈殿させて分離することを特徴とする石油系燃焼灰の処理方法。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 石油系燃焼灰またはその処理物のアンモニア浸出濾液に溶存するマグネシウムを処理する方法であって、上記アンモニア浸出濾液にカルシウム化合物を加えてpH12未満のアルカリ性下で石膏を沈殿させ、次いでこの溶液のpHを12以上に調整して水酸化マグネシウムを沈殿させて分離することを特徴とする石油系燃焼灰の処理方法。

【請求項2】 上記アンモニア浸出濾液に生石灰を加えて該濾液のpH10～12に調整することにより石膏を沈殿させ、次いで、この溶液に消石灰を加えてpHを12以上に調整することにより水酸化マグネシウムを沈殿させる請求項1の処理方法。

【請求項3】 上記アンモニア浸出濾液が、石油系燃焼灰またはその処理物の固形分を酸化処理と共にアンモニア浸出し、次いでニッケル抽出処理を経た濾液である請求項1または2の処理方法。

【請求項4】 (イ)石油系燃焼灰またはその処理物を水性スラリーにする水浸出工程、(ロ)水性スラリーの濾液を酸性下で加熱してバナジウム化合物を析出させ、これを濾別回収するバナジウム回収工程、(ハ)上記水性スラリーの固形分にアンモニア水を加えて中性ないしアルカリ性下で酸化処理して含有金属を液中に浸出させるアンモニア浸出工程、(ニ)アンモニア浸出濾液にニッケル抽出溶媒を加えてニッケルを抽出する工程、(ホ)ニッケル抽出溶媒と分離したアンモニア浸出濾液のマグネシウムを処理する工程を有する処理方法において、上記アンモニア浸出濾液にカルシウム化合物を加えてpH12未満のアルカリ性下で石膏を沈殿させ、次いでこの溶液のpHを12以上に調整して水酸化マグネシウムを沈殿させて分離することを特徴とする石油系燃焼灰の処理方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、石油系燃焼灰からバナジウムやニッケルなどの有価金属を分離回収する方法において、ニッケルを抽出した濾液からマグネシウムを経済的に効率良く分離する処理方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】火力発電所や各種工業プラントのボイラー等は重油や石油コークス等の重質油系燃料を用いるものが多く、現在、多量の燃焼灰が排出されている。これらの大部分は埋め立て処分されているが、この燃焼灰にはバナジウム等の有価金属が含有されており、環境汚染の防止および再資源化の観点から、その有効利用が求められている。

【0003】このような重油灰から有価金属を回収する方法が従来知られている。例えば、特開昭60-46930号には、石油系燃料の燃焼灰スラリーに硫酸を加えて灰中の有価金属を浸出させた後に、液性をアルカリ性に転化して鉄分を酸化沈殿させて除去し、液性を再び強

酸性として液中のバナジウムを酸化バナジウムとして沈殿させる方法が記載されている。また、特公平4-61709号には、上記方法において鉄分を除去した濾液を冷却してさらにバナジウム化合物を分離し、これに硫酸を添加してニッケルを回収する方法が提案されている。さらに、特公平5-13718号にはバナジウムを分離した後に、残渣からニッケルスラッジと石膏を分離する方法が記載されている。上記処理方法はどれも硫酸浸出を行う方法であり、強酸性下で加熱するため浸出槽などの腐蝕が激しい問題がある。また、硫酸浸出を行った後に、液性をアルカリ性に転化して酸化剤を添加し、その後に再び酸性にするなど液性の調整が煩雑である。

【0004】本出願人は、硫酸浸出を行う上記従来方法に代えて、アンモニア浸出を行う方法を先に提案した(特願平11-207923号)。このアンモニア浸出の方法によれば、装置の腐食などの問題がなく、しかも液性の煩雑な調整が不要であり、ニッケルなどを効率良く浸出できる利点がある。このニッケルは溶媒抽出によって分離回収することができる。また、通常、このアンモニア浸出濾液にはニッケルと共にマグネシウムが含まれるが、ニッケル抽出液としてバーサチック酸を用いることにより、マグネシウムを殆ど抽出せずにニッケルを選択的に抽出することができる。

【0005】このニッケルを分離した浸出濾液にはマグネシウム等が含まれており、その分離回収方法として、ニッケル抽出液から分離したアンモニア浸出濾液に酸化マグネシウムを添加して100～250℃に加熱し、アンモニアを揮発除去すると共に水酸化マグネシウムを沈殿させ、これを濾過分離する一方、その濾液に生石灰を加えて石膏を沈殿させて回収する方法が知られている。しかし、この処理方法では、酸化マグネシウムのコストが高み、また溶液を加熱しなければならない。

## 【0006】

【発明の解決課題】本発明は、従来のマグネシウムの分離処理における上記問題を解決したものであって、マグネシウムの添加や加熱の必要がなく、経済的にマグネシウムを分離回収することができる処理方法に関する。

## 【0007】

【発明の解決課題】すなわち、本発明は、(1)石油系燃焼灰またはその処理物のアンモニア浸出濾液に溶存するマグネシウムを処理する方法であって、上記アンモニア浸出濾液にカルシウム化合物を加えてpH12未満のアルカリ性下で石膏を沈殿させ、次いでこの溶液のpHを12以上に調整して水酸化マグネシウムを沈殿させて分離することを特徴とする石油系燃焼灰の処理方法に関する。

【0008】上記処理方法は、(2)上記アンモニア浸出濾液に生石灰を加えて該濾液のpH10～12に調整することにより石膏を沈殿させ、次いで、この溶液に消石灰を加えてpHを12以上に調整することにより水酸

化マグネシウムを沈殿させる処理方法、(3)上記アンモニア浸出濾液が、石油系燃焼灰またはその処理物の固形分を酸化処理と共にアンモニア浸出し、次いでニッケル抽出処理を経た濾液である処理方法を含む。

【0009】また本発明は、上記処理工程を含む以下の処理方法に関する。(4)(イ)石油系燃焼灰またはその処理物を水性スラリーにする水浸出工程、(ロ)水性スラリーの濾液を酸性下で加熱してバナジウム化合物を析出させ、これを濾別回収するバナジウム回収工程、(ハ)上記水性スラリーの固形分にアンモニア水を加えて中性ないしアルカリ性下で酸化処理して含有金属を液中に浸出させるアンモニア浸出工程、(ニ)アンモニア浸出濾液にニッケル抽出溶媒を加えてニッケルを抽出する工程、(ホ)ニッケル抽出溶媒と分離したアンモニア浸出濾液のマグネシウムを処理する工程を有する処理方法において、上記アンモニア浸出濾液にカルシウム化合物を加えてpH12未満のアルカリ性下で石膏を沈殿させ、次いでこの溶液のpHを12以上に調整して水酸化マグネシウムを沈殿させて分離することを特徴とする石油系燃焼灰の処理方法。

【0010】

【発明の実施の態様】以下、本発明を実施態様に基づいて詳細に説明する。本発明の処理方法の概略を図1に示す。図示するように、本発明は石油系燃焼灰からバナジウムやニッケルなどを回収する際に、さらにはその残渣をセメント原料として利用する一方、浸出液から石膏およびマグネシウムを回収することができる処理方法に関する。本発明の処理対象である石油系燃焼灰とは、タール質燃料およびタール質燃料をエマルジョン化したものの、重油、石油コークス、石油ビッチ、アスファルト等の石油系燃料を燃焼した際に生じる塵灰である。具体的には、発電所や各種工業プラントのボイラー等から排出される集塵灰等である。なお、通常、燃焼灰には未燃カーボンが含まれているがこれは除去して処理するのが好ましい。未燃カーボンは燃焼灰のスラリーを攪拌して静置すると液面に浮遊し、これを掻き取りあるいは流し出すことにより容易に除去することができる。

【0011】図示する本発明の処理方法は、石油系燃焼灰またはその処理物を水浸出する工程(A)、水浸出スラリーの濾液からバナジウムを回収する工程(B)、水浸出の固形分にアンモニア水を加えて中性ないしアルカリ性下で酸化処理しつつ含有金属を液中に浸出させるアンモニア浸出工程(C)、アンモニア浸出濾液にニッケル抽出溶媒を加えてニッケルを抽出する溶媒抽出工程(D)、およびマグネシウム処理工程(E)を有している。以下、各工程について説明する。

【0012】(A)水浸出工程

石油系燃焼灰に水や硫酸を加えて水性スラリーにし、液中にバナジウム等を浸出させる。この水性スラリーを固液分離し、その濾液をバナジウム回収工程に送る。この

水浸出工程において、水性スラリーを濾過して固形分をアンモニア浸出工程に送る一方、濾液を水浸出工程に循環して再使用することにより濾液中のバナジウム濃度を高めると良い。濾液中のバナジウム濃度を高めることによってその回収率が向上する。

【0013】濾液を水浸出工程に循環する基準は、水性スラリーから固液分離された濾液中のニッケル濃度が100ppm以下およびマグネシウム濃度が3000ppm以下となる範囲内である。マグネシウム濃度がこれより高くなると硫酸マグネシウムアンモニウムなどの影響によりマグネシウムが析出するので好ましくない。また、この濾液はバナジウム回収工程に送られるので、ニッケル濃度が上記範囲を超えると溶媒抽出工程で回収されるニッケル量が減少する。

【0014】(B)バナジウム回収工程

水浸出工程の上記濾液にアンモニアを加えてpH2~4に調整し、好ましくは80~90℃に加熱することにより酸化バナジウムを析出させる。なお、この酸化バナジウムを回収して炭酸ナトリウムや塩素酸ナトリウムを加え、液性を弱酸性に調整して酸化バナジウムを溶解し、液中の未溶解物を濾別した後に、この濾液にアンモニアないしアンモニア塩を加え、この濾液を75~85℃程度に加熱してバナジン酸アンモニウムを沈殿させることにより、不純物の少ないバナジウム化合物を回収することができる。

【0015】(C)アンモニア浸出工程

上記水浸出工程で固液分離した固形分にアンモニアと水を加えて中性ないしアルカリ性下で酸化処理することにより固形分に残留する金属分を液中に浸出させる。この固形分にはニッケルが含まれ、また水浸出で分離できなかったバナジウムが含まれている。なお、石油系燃焼灰には多量の硫黄分が含まれているので、これを水性スラリーにすると硫黄分が溶出して酸性の溶液となるが、これにアンモニアを加えてスラリーをpH7~9の弱アルカリ性(中性~アルカリ性)に調整する。アンモニアの添加は常温下で良く、加熱する必要はない。

【0016】なお、このアンモニア浸出において二段階の酸化処理を行うことによりニッケルおよびバナジウムの浸出率を高めることができる。この酸化処理は、アンモニアを添加して中性~アルカリ性に調整したスラリーに、空気を導入して攪拌し、スラリーに含まれるニッケルやバナジウム等を酸化する。この一段目の空気酸化の後にスラリーを固液分離し、その固形分に必要に応じてアンモニアを再度添加して液性を中性~アルカリ性に調整し、これに過酸化水素を添加して二段目の酸化処理を行う。過酸化水素を添加したときには必要に応じてスラリーを攪拌すると良い。

【0017】上記酸化処理において、好ましくは、アンモニア浸出スラリーの液性をpH7~9に調整して空気酸化と過酸化水素による酸化を行い、スラリーの酸化還

元電位が100～150mVになる範囲で空気酸化で終了し、次いで過酸化水素を添加して酸化処理を行い、スラリーの酸化還元電位が150mV以上になるようにその添加量を調整する。空気酸化のみでは液の酸化還元電位が短時間で150mV以上になるのは難しいので、この範囲まで空気酸化を行い、その次に、スラリーの酸化還元電位が150mV以上になるまで過酸化水素を加えて酸化する。

【0018】二段階の酸化処理を行うことにより、スラリーに含まれる酸化し易い状態の金属分が最初の空気酸化によって液中に浸出する。この空気酸化では浸出せずに固形分に残留している金属分を次の過酸化水素の酸化処理によって液中に浸出させる。なお、最初に空気酸化を行うので過酸化水素による酸化処理の負担が軽減される。二段目の過酸化水素による酸化処理の後に固液分離を行い、その濾液の全量を一段目の空気酸化に循環する。この濾液の全量を空気酸化に返送することにより、アンモニア浸出工程全体の液量を増加せずに浸出効果を高めることができる。一方、過酸化水素による酸化処理後の固形分にはシリカ、アルミナや事前に除去されなかった未燃カーボンなどが含まれており、これをセメント原料として利用することができる。

【0019】酸化処理を伴うアンモニア浸出によって、水浸出では溶出しなかった焼却灰中のニッケルおよびバナジウムが溶出し、その浸出効果が格段に向上する。具体的には、酸化処理を行わないアンモニア浸出の場合にはバナジウムの浸出率は30～40%であるが、酸化処理を併用したアンモニア浸出ではバナジウムの浸出率は90%以上に大幅に向上する。これはバナジウムの価数が多くなりアルカリ性下でイオン化し易い形態に転換するためと思われる。またニッケルの浸出率は、スラリーが酸性(pH3～5程度)のときには20～30%台であるが、中性～アルカリ性(pH7～9)では約70～100%に達し、格段に浸出率が向上する。なお、以上の酸化処理を併用したアンモニア浸出は加熱下で行う必要はなく、常温下で良い。

【0020】(D)溶媒抽出工程

#### (D-1)ニッケル抽出

ニッケル抽出剤としてリン酸系抽出剤を用いても良いが、これに代えてバーサチック酸を用いることにより、アンモニア浸出濾液に含まれるニッケルをマグネシウムと分離して効率良く抽出することができる。このバーサチック酸による抽出は、アンモニア浸出濾液のpHを弱アルカリ性、好ましくはpH7.5～8.5に調整して行うのが好ましい。バーサチック酸に抽出されたニッケルおよびマグネシウムの濃度をみると、pH7.5以上の範囲でニッケルの濃度は高くなるがマグネシウムの濃度はpH8.5付近では未だ低い。従ってpH7.5～8.5の範囲において、マグネシウムを殆ど抽出せずにニッケルを選択的に抽出することができる。

【0021】なお、従来のリン酸系抽出剤では、マグネシウムの抽出pH域がニッケルよりも低く、このためニッケルを抽出するとマグネシウムも随伴して抽出される。このため、さらにニッケルとマグネシウムを分離する二段階の抽出処理が必要になる。一方、上記バーサチック酸を用いればマグネシウムを殆ど抽出せずにニッケルを選択的に抽出することができるので、一段階の抽出処理によってニッケルをマグネシウムから分離して抽出することができる。

【0022】バーサチック酸の濃度は5%以上が適当であり、10%以上が好ましい。一例としてバーサチック酸の濃度10%、15%、20%におけるニッケルの抽出率は約80%、約90%、約97%であり、高い抽出率が得られる。なお、従来のリン酸系抽出剤は濃度10%のとき、ニッケルの抽出率は40～50%程度であり、本発明のバーサチック酸に比べて大幅に低い。

#### 【0023】(D-2)抽出剤の洗浄

バーサチック酸をアンモニア浸出濾液から分離した後、このバーサチック酸に希硫酸を混合して洗浄する。ニッケルに随伴して抽出されたマグネシウム(イオン)はこの洗浄によって希硫酸中に洗い出され、バーサチック酸から除去される。この洗浄はpH2～4の酸性下で行い、濃度0.01～5g/lの希硫酸を用いるのが良い。希硫酸の濃度に対するニッケルおよびマグネシウムの濃度(希硫酸に逆抽出される濃度)を図4に示す。このグラフに示すように、希硫酸の濃度が1g/l以下ではニッケルは殆ど洗浄されず、2g/l以上になるとニッケルの濃度が次第に高くなる。一方、マグネシウムの濃度は希硫酸の濃度が0.1g/lでも比較的高く、3g/l以上ではほぼ飽和する。従って、濃度0.01～5g/l、好ましくは0.1～2g/lの希硫酸を用いることにより、ニッケルをバーサチック酸に残してマグネシウムを選択的に希硫酸中に洗い出すことができる。このマグネシウムは石膏の回収工程に導き、水酸化物として回収することができる。

#### 【0024】(D-3)逆抽出

希硫酸で洗浄したバーサチック酸に濃硫酸を混合し、この濃硫酸にバーサチック酸中のニッケル(イオン)を逆抽出する。この逆抽出はpH1以下の酸性下で行い、濃度100～300g/lの濃硫酸を用いるのが良い。混合後、濃硫酸とバーサチック酸を分離する。このバーサチック酸はニッケル抽出工程に循環して再度使用することができる。一方、分離した濃硫酸には逆抽出したニッケルが硫酸ニッケルの状態で含まれている。この濃硫酸液を40～80℃程度に加熱して水分を蒸発させ、濃縮することにより硫酸ニッケルを回収することができる。あるいは、この濃硫酸液を硫酸ニッケルの溶解度以下に冷却して析出させても良い。この硫酸ニッケルを濾過して回収し、乾燥すれば硫酸ニッケルの粉末を得ることができる。この濾液(濃硫酸)は逆抽出工程に循環して再利用

することができる。

#### 【0025】(E)マグネシウム処理工程

ニッケル抽出工程において上記浸出液は弱アルカリ性、好ましくはpH7.5～8.5に調整されているので、このニッケル抽出工程から分離したアンモニア浸出濾液に、カルシウム化合物を加えてpH12未満のアルカリ性とし、好ましくはpH10～12未満に調整し、アンモニアを揮発させて回収すると共に石膏( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )を沈殿させる。pHが12以上になると水酸化マグネシウムが沈殿し、これが石膏に混入するようになるのでカルシウムを分離して回収するうえで不都合である。このカルシウム化合物としては経済性や排水処理などの点から生石灰( $\text{CaO}$ )や消石灰( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ )、炭酸カルシウム( $\text{CaCO}_3$ )、およびこれらの混合物が適当である。なお、液中のアンモニアを揮発しやすくするためにバブリングを行い、あるいは炭酸カルシウムを添加して発生する炭酸ガスによってバブリング効果を与えるようにすると良い。

【0026】石膏を濾過分離した後に、その濾液に水酸化カルシウム、水酸化ナトリウム等のアルカリを添加して濾液のpHを12以上に上げて、水酸化マグネシウムを沈殿させる。なお、アルカリ源としては、生石灰ではpHを12以上にするのが難しので水酸化カルシウムが適当である。この水酸化マグネシウムをサイクロンで濃縮し、これを濾過分離して回収する。その濾液は水浸出工程などに返送して再使用することができる。

【0027】このように、本処理工程によれば、石膏の沈殿および水酸化マグネシウムの沈殿を生じさせる際に、コストの高む酸化マグネシウムを用いる必要がなく、また濾液の加熱も必要ないので、経済的であり処理も容易である。

#### 【0028】

【実施例】以下、本発明を実施例によって具体的に示す。

#### 実施例1

重油質燃料の燃焼灰( $\text{V}_2\text{O}_5$ :4.0wt%、 $\text{Ni}$ :0.4wt%、 $\text{MgO}$ :4.2wt%、 $\text{NH}_3$ :21.3wt%、 $\text{SO}_3$ :53.9wt%)を固体濃度20%の水性スラリーとし、固液分離した固形分8kgにアンモニア水を加えてpH8にし、これに空気(20リットル/分)を導入して2時間攪拌した後に固液分離し、この固形分にアンモニア水を加え、さらに過酸化水素水(濃度31vol%)を30ml加えて攪拌混合した後に濾過し、濾液の全量(14.6リットル)を空気酸化工程に循環して再度利用した。一方、上記空気酸化後の濾液2400mlを抜き出し、このアンモニア浸出濾液のpHを8に調整した後に、80mlずつにパーサチック酸(濃度30vol%)80mlを加える。3分間混合後、パーサチック酸を浸出濾液から分離して希硫酸(濃度2g/l)80mlを加えて3分間混合した後に希硫酸を分離した。次に、このパーサチック酸に濃硫酸(濃度200g/l)80mlを加えて3分間混合した後

に、濃硫酸を分離した。この濃硫酸をさらに新しい抽出液(上記成分)を用いて30回抽出を繰り返して濃縮した。この硫酸液を蒸発して硫酸ニッケル25.34gを回収した。この硫酸ニッケル中のマグネシウム量は検出限界量以下であった。一方、パーサチック酸から分離した濾液1000mlに生石灰85.0gを添加して攪拌混合し、液のpHを10.8に調整して石膏を沈殿させると共に発生したアンモニアを回収した。アンモニアの回収量は10%濃度のアンモニア水で300mlであった。また沈殿した石膏の量は247.1gであった。この石膏を分離した濾液にさらに消石灰38.2gを加えて攪拌混合し、生じた沈殿を濾過分離して水酸化マグネシウム28.9gを回収した。

#### 【0029】実施例2

タール質燃料の燃焼灰( $\text{V}_2\text{O}_5$ :4.0wt%、 $\text{Ni}$ :0.4wt%、 $\text{MgO}$ :4.2wt%、 $\text{NH}_3$ :21.3wt%、 $\text{SO}_3$ :53.9wt%)1000kgを固体濃度が20%になるようにアンモニア水を加えて2時間混合し、濾過した。この濾液(アンモニア浸出液)にニッケルの抽出溶媒を加えてニッケルを抽出した。ニッケル抽出溶媒としては、キレート剤(2-Hydroxy-5-Nonylacetophenone-Oxime)をクロシンで5vol%に希釈したものを用い、溶液のpHを9に調整し、浸出液に対してこの溶媒を1:1の液量で加えて3分間混合した。このニッケル抽出液を浸出液と分離し、該抽出液90mlに硫酸液(濃度20wt%)6mlgを加え( $\text{Ni}$ 抽出液:硫酸=15:1)、pH1.5の液性下で3分間混合してニッケルを逆抽出した。引き続き、この硫酸液を40～80℃に加熱し、水分を蒸発させて硫酸ニッケル粉末15.2gを得た。次に、ニッケル抽出液から分離した濾液1000mlに生石灰18.6gを添加して攪拌混合し、液のpHを10.9に調整して石膏を沈殿させると共に発生したアンモニアを回収した。アンモニアの回収量は10%濃度のアンモニア水で920mlであった。また沈殿した石膏の量は53.8gであった。この石膏を分離した濾液にさらに消石灰9.8gを加えて攪拌混合し、生じた沈殿を濾過分離して水酸化マグネシウム12.7gを回収した。

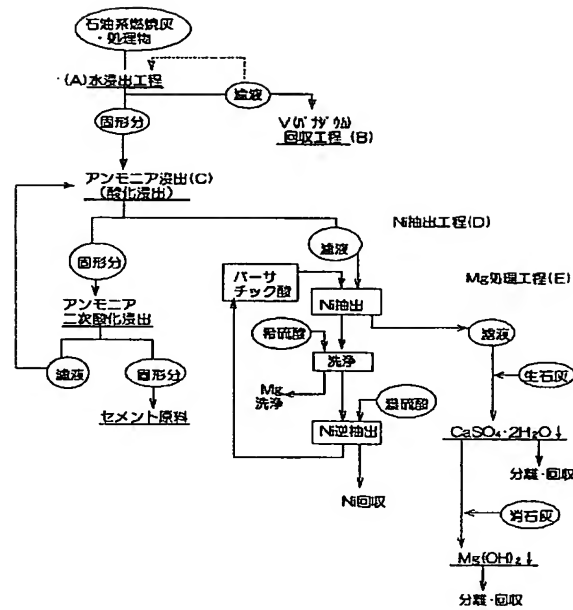
#### 【0030】

【発明の効果】本発明の処理方法によれば、石油系燃焼灰からバナジウムやニッケルを回収する際に、ニッケルを除去した溶液から経済的にかつ容易に石膏とマグネシウムを分離して回収することができる。酸化マグネシウムを用いる方法では溶液を加熱する必要があり、また酸化マグネシウムのコストが高むが本発明の処理方法によればこのような問題がなく、経済性に優れると共に実施も容易である。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の処理方法の概略を示す工程図

【図1】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>

C 2 2 B 26/00

識別記号

F I

C 2 2 B 3/00

テーマコード (参考)

Q

(72)発明者 ブーパッキ メラニ  
千葉県佐倉市大作二丁目4番2号 太平洋  
セメント株式会社佐倉研究所内  
(72)発明者 三浦 啓一  
千葉県佐倉市大作二丁目4番2号 太平洋  
セメント株式会社佐倉研究所内

F ターム (参考) 4D004 AA36 AB03 BA05 CA22 CA35  
CA36 CA41 CC03 CC11 CC12  
DA03 DA20  
4K001 AA19 AA28 AA38 BA14 DB02  
DB07 DB08 DB09 DB23



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☒ BLACK BORDERS

☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES

☐ FADED TEXT OR DRAWING

☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING

☐ SKEWED/SLANTED IMAGES

☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS

☐ GRAY SCALE DOCUMENTS

☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT

☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**